

## Grease composition

Publication number: JP2003155491

Publication date: 2003-05-30

Inventor:

Applicant:

Classification:

- international: **C10M169/06; C10M169/00;** (IPC1-7): C10M169/02;  
C10M115/08; C10M125/10; C10M129/40; C10M135/04;  
C10M135/06; C10M135/18; C10M135/22; C10M135/36;  
C10M137/10; C10N10/02; C10N10/04; C10N10/12;  
C10N50/10

- european: C10M169/06

Application number: JP20010356664 20011121

Priority number(s): JP20010356664 20011121

Also published as:



EP1314774 (A1)  
US2003139302 (A)  
EP1314774 (B1)  
DE60205329T (T)

Report a data error h

### Abstract of JP2003155491

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a grease composition which can accomplish high-level flaking resistance and high-level seizure resistance without using any lead compound and can sufficiently prolong the life of a constant-velocity joint, or the like. **SOLUTION:** This grease composition contains, based on the entire weight of the lubricating base oil, 0.01-10 mass % fatty acid salt, 0.01-10 mass wt. % carbonate, 2-30 mass % thickener, and a sulfur-based extreme pressure additive.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

1/3

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-155491

(P2003-155491A)

(43) 公開日 平成15年5月30日 (2003.5.30)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード <sup>*</sup> (参考)
C 1 0 M 169/02		C 1 0 M 169/02	4 H 1 0 4
115/08		115/08	
125/10		125/10	
129/40		129/40	
135/04		135/04	
審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 12 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-356664(P2001-356664)

(22) 出願日 平成13年11月21日 (2001.11.21)

(71) 出願人 000146180

株式会社松村石油研究所

兵庫県神戸市中央区港島南町5丁目5番3号

(71) 出願人 000004444

新日本石油株式会社

東京都港区西新橋1丁目3番12号

(72) 発明者 赤田 民生

兵庫県神戸市中央区港島南町5丁目5番3号 株式会社松村石油研究所内

(74) 代理人 100088155

弁理士 長谷川 芳樹 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 グリース組成物

(57) 【要約】

【課題】 鉛化合物を使用せずとも耐フレーキング性及び耐焼付性が高水準で達成されており、等速ジョイント等の十分な長寿命化を実現可能なグリース組成物を提供すること。

【解決手段】 本発明のグリース組成物は、潤滑油基油中に、組成物全量を基準として、脂肪酸塩0.01~10質量%と、炭酸塩0.01~10質量%と、増ちょう剤2~30質量%と、硫黄系極圧剤0.1~20質量%と、を含有することを特徴とする。

FP04-0422-
00W0-NM
05.6.-7
SEARCH REPORT

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 潤滑油基油中に、組成物全量を基準として、脂肪酸塩0.01～10質量%と、炭酸塩0.01～10質量%と、増ちょう剤2～30質量%と、硫黄系極圧剤0.1～20質量%と、を含有することを特徴とするグリース組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、グリース組成物に関するものであり、詳しくは、等速ジョイント等に用いられるグリース組成物に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】等速ジョイントとは、例えば自動車のミッションからタイヤへの駆動力伝達軸用のジョイントであり、その種類としては、パーフィールドジョイント、ゼツパジョイント、アンダーカットフリージョイント等の固定型等速ジョイント、ダブルオフセットジョイント、トリポードジョイント、クロスグループジョイント等のスライド型等速ジョイント等が挙げられる。

【0003】これらの等速ジョイントの長寿命化を達成する上でグリースの選定は非常に重要である。このため従来の等速ジョイントでは、潤滑油基油とリチウム石けんやウレア系増ちょう剤とからなる基グリースに鉛化合物等の添加剤を配合したグリースが広く使用されており、これにより耐フレーキング性、耐焼付性、耐磨耗性、低摩擦性等の性能の向上が図られている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、近年の自動車の高性能化、小型軽量化に伴い等速ジョイントへの負荷は増大しており、上記従来のグリースであっても必ずしも十分な長寿命化が図れない場合がある。特に、このように厳しい条件下でフレーキングや焼付の発生を防止することは非常に困難であるため、耐フレーキング性及び耐焼付性に優れたグリースが強く望まれている。また、この場合、人体や環境に対する安全性の点から、従来添加剤として使用されてきた鉛化合物を使用せずにグリースの特性を向上させることが望ましい。

【0005】本発明は、上記従来技術の有する課題に鑑みてなされたものであり、鉛化合物を使用せずとも耐フレーキング性及び耐焼付性が高水準で達成されており、等速ジョイント等の十分な長寿命化を実現可能なグリース組成物を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、増ちょう剤、硫黄系極圧剤及び炭酸塩により過塩基性化された脂肪酸塩をそれぞれ所定の配合割合で潤滑油基油に配合したグリース組成物が、等速ジョイント等において非常に優れた耐フレーキング性及び耐焼付性を示すことを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、本発明のグリース組成物は、

(A) 潤滑油基油中に、組成物全量を基準として、

(B) 脂肪酸塩0.01～10質量%と、(C) 炭酸塩0.01～10質量%と、(D) 増ちょう剤2～30質量%と、(E) 硫黄系極圧剤0.1～20質量%と、を含有することを特徴とする。

## 【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施形態について詳細に説明する。

【0009】本発明のグリース組成物で使用される

(A) 潤滑油基油としては、鉱油及び／又は合成油が挙げられる。

【0010】かかる鉱油としては、石油精製業の潤滑油製造プロセスで通常行われている方法により得られるもの、例えば、原油を常圧蒸留及び減圧蒸留して得られた潤滑油留分を溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、接触脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理等の処理を1つ以上行なって精製したものが挙げられる。

【0011】また、合成油の具体例としては、ポリブテン、1-オクテンオリゴマー、1-デセンオリゴマー等のポリ $\alpha$ -オレフィン又はこれらの水素化物；ジトリデシルグルタレート、ジ2-エチルヘキシルアジベート、ジイソデシルアジベート、ジトリデシルアジベート、ジ3-エチルヘキシルセバケート等のジエステル；トリメチロールプロパンカプリレート、トリメチロールプロパンペラルゴネート、ペンタエリスリトール2-エチルヘキサノエート、ペンタエリスリトールペラルゴネート等のポリオールエステル；アルキルナフタレン；アルキルベンゼン、ポリオキシアルキレングリコール；ポリフェニルエーテル；ジアルキルジフェニルエーテル；シリコン油、又はこれらの混合物が挙げられる。

【0012】これらの潤滑油基油の100℃での動粘度は2～40mm<sup>2</sup>/s、好ましくは3～20mm<sup>2</sup>/sであることが好ましい。また基油の粘度指数は90以上、好ましくは100以上であることが好ましい。

【0013】本発明においては、上記の潤滑油基油に(B) 脂肪酸塩0.01～10質量%と、(C) 炭酸塩0.01～10質量%と、(D) 増ちょう剤2～30質量%と、(E) 硫黄系極圧剤0.1～20質量%と、が配合される。(B) 脂肪酸塩を構成する脂肪酸としては、直鎖状のもので分岐鎖状のものでよい。また、飽和脂肪酸、不飽和脂肪酸のいずれであってもよいが、潤滑油基油への溶解性の点から、不飽和脂肪酸であることが好ましい。不飽和結合の数は特に限定されないが、好ましくは1である。

【0014】また、脂肪酸の炭素数についても特に制限されないが、後述する炭酸塩の微粒子の分散均一性の点から、炭素数10～25のものが好ましい。

【0015】本発明において用いられる脂肪酸の好ましい例としては、オレイン酸（炭素数18、不飽和結合1

つ)、エルカ酸(炭素数22、不飽和結合1つ)、リノール酸(炭素数18、不飽和結合2つ)、リノレン酸(炭素数18、不飽和結合3つ)等が挙げられ、これらの中でもオレイン酸がより好ましい。

【0016】また、脂肪酸の塩としては、上記した脂肪酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩等が挙げられるが、マグネシウム、バリウム、カルシウム等のアルカリ土類金属塩であることが好ましく、カルシウム塩であることがより好ましい。

【0017】(C)炭酸塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩等が挙げられ、より具体的にはリチウム塩、ナトリウム塩、カリウム塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、バリウム塩等が挙げられるが、アルカリ土類金属塩であることが好ましく、カルシウム塩であることがより好ましい。

【0018】また、炭酸塩は通常微粒子として存在する。炭酸塩微粒子の粒子径は特に制限されないが、より高い耐フレーキング性及び耐焼付性が得られる点から、平均粒子径が50nm以上であることが好ましく、100nm以上であることがより好ましく、300nm以上であることがさらに好ましく、500nm以上であることが一層好ましく、1000nm以上であることが特に好ましく、2000nm以上であることが最も好ましい。なお、ここでいう平均粒子径とは、動的光散乱式粒度分布計で測定され、マルカット(Marquadt)法で算出された平均粒子径を意味する。

【0019】本発明において、(B)脂肪酸塩と(C)炭酸塩との混合比については特に制限されないが、耐フレーキング性能、耐焼付性能がより高められる点から、脂肪酸塩100重量部に対して、炭酸塩が10重量部以上であることが好ましく、20重量部以上であることがより好ましく、30重量部以上であることがさらに好ましく、40重量部以上であることが特に好ましく、50重量部以上であることが最も好ましい。また、基油への溶解性の点から、脂肪酸100重量部に対して、炭酸塩が1000重量部以下であることが好ましく、500重量部以下であることが好ましく、400重量部以下であることがより好ましく、300重量部以下であることがさらに好ましく、200重量部以下であることが特に好ましい。

【0020】また、(B)脂肪酸塩と(C)炭酸塩とを潤滑油基油に配合する際には、該脂肪酸塩によって該炭酸塩を分散させ、該脂肪酸塩が該炭酸塩により過塩基性化された複合体を形成した混合物(以下、「炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩」という)として配合することが好ましい。すなわち、脂肪酸塩中に炭酸塩を分散することによって、炭酸塩により脂肪酸塩が過塩基性化された複合体が形成されるため、このような混合物を用いることにより両者の分散均一性及び潤滑油基油への溶解性が高められる。従って、かかる複合体を形成した混合物を潤滑

油基油中に配合することによって、グリース組成物の耐フレーキング性及び耐焼付性をより向上させることができる。

【0021】炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩は、例えば、上記した脂肪酸塩をキャリアオイルに溶解させ、アルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基等を存在させた系に、炭酸ガスを吹き込むことによって製造できる。かかるキャリアオイルとしては、上記潤滑油基油の説明において例示された鉱油、合成油等が使用できる。

【0022】また、アルカリ金属、アルカリ土類金属の塩基としては、水酸化物、酸化物等が挙げられ、より具体的には水酸化カルシウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化バリウム等が挙げられる。また、上記した製造方法においては、炭酸塩微粒子の生成を促進させるために、反応系中にメタノール類を添加してもよい。

【0023】炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩は通常キャリアオイルに溶解した状態で得られるが、基油への溶解性の点から、キャリアオイルの配合量は、脂肪酸塩と炭酸塩との合計量100重量部に対して、好ましくは10重量部以上、より好ましくは15重量部以上、さらに好ましくは20重量部以上、特に好ましくは25重量部以上である。また、キャリアオイルの配合量は、脂肪酸塩と炭酸塩との合計量を100重量部として、通常1000重量部以下、好ましくは700重量部以下、より好ましくは500重量部以下、さらに好ましくは400重量部以下である。

【0024】また、前述した通り、炭酸塩分散型過塩基性脂肪酸塩は、炭酸塩の分散により脂肪酸塩が過塩基性化されているため所定的全塩基価(TBN)を示す。炭酸塩分散型過塩基性脂肪酸塩の全塩基価については特に制限されないが、耐フレーキング性、耐焼付性が高められる点から、キャリアオイルに溶解した状態で、50mg KOH/g以上であることが好ましく、100mg KOH/g以上であることがより好ましく、150mg KOH/g以上であることがさらに好ましく、200mg KOH/g以上であることが特に好ましく、250mg KOH/g以上であることが特に好ましい。また、当該全塩基価の上限値については特に制限はないが、通常600mg KOH/g以下である。なお、ここでいう全塩基価とは、JIS K 2501「石油製品及び潤滑油—中和試験方法」の6.に準拠した過塩素酸法により測定される全塩基価(mg KOH/g)をいう。

【0025】(B)脂肪酸塩と(C)炭酸塩との含有量の和は、グリース組成物全量を基準として0.05質量%以上であることが好ましく、0.1質量%以上であることがより好ましい。当該含有量の和が0.05質量%に満たない場合には、グリース組成物の耐フレーキング性能、耐焼付性能が不十分となる傾向にある。また、当該含有量の和は、グリース組成物全量を基準として15質量%以下であることが好ましく、10質量%以下であ

ることがより好ましく、5質量%以下であることがさらに好ましい。当該含有量の和が15質量%を超えても、添加量に見合うだけの耐フレーキング性能、耐焼付性能が得られない傾向にある。なお、ここでいう含有量の和にはキャリアオイル等の含有量は含まれない。

【0026】本発明においては、(B)脂肪酸塩及び(C)炭酸塩に加えて、スルホン酸塩等の他の有機酸塩をさらに配合してもよい。この場合、他の有機酸塩は、脂肪酸塩及び炭酸塩と別個に配合してもよく、また、当該他の有機酸塩と脂肪酸塩とを混合し、その混合物により炭酸塩を分散させ、該混合物が炭酸塩により過塩基性化された複合体を形成した混合物として配合してもよい。

【0027】(D)増ちょう剤としては特に制限されず、金属石けん、複合金属石けん等の石けん系増ちょう剤、ベントン、シリカゲル、ウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ウレタン化合物等の非石けん系増ちょう剤等が使用可能であるが、耐熱性の点からウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ウレタン化合物又はこれらの混合物が好ましい。

【0028】石けん系増ちょう剤としては、具体的には例えばナトリウム石けん、カルシウム石けん、アルミニウム石けん、リチウム石けん等が挙げられる。

【0029】ウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物及びウレタン化合物の具体例としては、例えばジウレア化合物、トリウレア化合物、テトラウレア化合物、重合度5以上のポリウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ジウレタン化合物又はこれらの混合物等が挙げられ、これらの中でもジウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ジウレタン化合物又はこれらの混合物が好ましく、下記一般式(1)：

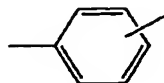


【上式中、 $R^1$ は2価の炭化水素基を示し、A及びBは同一でも異なってもよく、それぞれ $-NHR^2$ 、 $-NR^3R^4$ 又は $OR^5$  ( $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 及び $R^5$ は同一でも異なってもよく、それぞれ炭素数6~20の炭化水素残基を示す)のうちのいずれかの基を表す]で表される化合物の1種を単独で、又はこれらの2種以上を混合して用いることがより好ましい。なお、一般式(1)で表される化合物は、式中のA、Bの双方が $-NHR^2$ 又は $NR^3R^4$ であるときジウレア化合物であり；A、Bの一方が $-NHR^2$ 又は $NR^3R^4$ であり且つ他方が $OR^5$ であるときウレア・ウレタン化合物であり；A、Bの双方が $OR^5$ であるときジウレタン化合物である。

【0030】一般式(1)中、 $R^1$ で表される2価の炭化水素基としては、直鎖状又は分枝状のアルキレン基、直鎖状又は分枝状のアルケニレン基、シクロアルキレン基、芳香族基等が挙げられ、かかる炭化水素基の炭素数は好ましくは6~20であり、特に好ましくは6~15である。 $R^1$ の好ましい例としては、エチレン基、2、

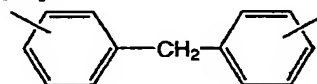
2-ジメチル-4-メチルヘキシレン基及び下記式(2)~(10)で表される基が挙げられ、中でも式(3)及び(5)で表される基が特に好ましい。

【化1】



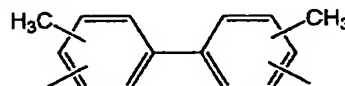
(2)

【化2】



(3)

【化3】



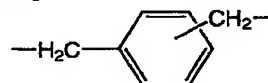
(4)

【化4】



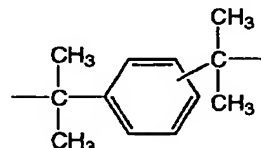
(5)

【化5】



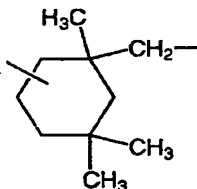
(6)

【化6】



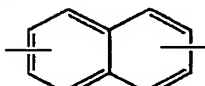
(7)

【化7】



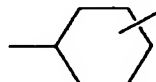
(8)

【化8】



(9)

【化9】



(10)

【0031】また、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 及び $R^5$ としては、直鎖状又は分枝状のアルキル基、直鎖状又は分枝状のアルケニル基、シクロアルキル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、アリールアルキル基等が挙げられる。具体的には例えば、ヘキシル基、ヘプテル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデ

シル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基等の直鎖状又は分枝状のアルキル基；ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基、ヘプタデセニル基、オクタデセニル基、ノナデセニル基、エイコセニル基等の直鎖状又は分枝状のアルケニル基；シクロヘキシル基；メチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基、ジエチルシクロヘキシル基、プロピルシクロヘキシル基、イソプロピルシクロヘキシル基、1-メチル-3-プロピルシクロヘキシル基、ブチルシクロヘキシル基、アミルシクロヘキシル基、アミルメチルシクロヘキシル基、ヘキシルシクロヘキシル基、ヘプチルシクロヘキシル基、オクチルシクロヘキシル基、ノニルシクロヘキシル基、デシルシクロヘキシル基、ウンデシルシクロヘキシル基、ドデシルシクロヘキシル基、トリデシルシクロヘキシル基、テトラデシルシクロヘキシル基等のアルキルシクロアルキル基；フェニル基、ナフチル基等のアリール基；トルイル基、エチルフェニル基、キシリル基、プロピルフェニル基、クメニル基、メチルナフチル基、エチルナフチル基、ジメチルナフチル基、プロピルナフチル基等のアルキルアリール基；ベンジル基、メチルベンジル基、エチルベンジル基等のアリールアルキル基等を挙げることができ、これらの中でもシクロヘキシル基、オクタデシル基及びトルイル基が特に好ましい。

【0032】これらのジウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物又はジウレタン化合物を製造するには、例えば、一般式  $\text{OCN}-\text{R}^1-\text{NCO}$  で表されるジイソシアネートと、一般式  $\text{NH}_2\text{R}^2$ 、 $\text{NHR}^3\text{R}^4$  又は  $\text{R}^5\text{OH}$  で表される化合物もしくはこれらの混合物とを、基油中で  $10\sim 200^\circ\text{C}$  で反応させることにより得られる。ここで、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$  及び  $\text{R}^5$  は、一般式 (1) 中の  $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$  及び  $\text{R}^5$  と同一の定義内容を表す。

【0033】(D) 増ちょう剤の含有量は、グリース組成物全量を基準として2質量%以上であり、好ましくは5質量%以上である。増ちょう剤の含有量が2質量%に満たない場合は増ちょう剤としての効果が少ないため十分なグリース状とはならない。また、増ちょう剤の含有量は、グリース組成物全量を基準として30質量%以下であり、好ましくは20質量%以下である。当該含有量が30質量%を越えると、得られるグリース組成物が過剰に硬くなり、十分な潤滑性能を発揮することができない。

【0034】(E) 硫黄系極圧剤としては、例えば、下記の化合物 (E-1) ~ (E-9) が挙げられる。

(E-1) ジハイドロカルビルポリサルファイド

(E-2) 硫化エステル

(E-3) 硫化鉱油

(E-4) ジチオリン酸亜鉛化合物

(E-5) ジチオカルバミン酸亜鉛化合物

(E-6) ジチオリン酸モリブデン化合物

(E-7) ジチオカルバミン酸モリブデン化合物

(E-8) チアゾール化合物

(E-9) チアジアゾール化合物。

【0035】(E-1) ジハイドロカルビルポリサルファイドは、一般にポリサルファイド又は硫化オレフィンと呼ばれる硫黄系化合物であり、中でも下記一般式 (11)：



【 $\text{R}^6$  及び  $\text{R}^7$  は同一でも異なってもよく、それぞれ炭素数  $3\sim 20$  の直鎖状又は分枝状のアルキル基、炭素数  $6\sim 20$  のアリール基、炭素数  $6\sim 20$  のアルキルアリール基又は炭素数  $6\sim 20$  のアリールアルキル基を表し、 $x$  は  $2\sim 6$  (好ましくは  $2\sim 5$ ) の整数を表す】で表される化合物が好ましい。

【0036】一般式 (11) 中、 $\text{R}^6$  及び  $\text{R}^7$  で表されるアルキル基としては、具体的には、 $n$ -プロピル基、イソプロピル基、 $n$ -ブチル基、イソブチル基、 $sec$ -ブチル基、 $tert$ -ブチル基、直鎖又は分枝ペンチル基、直鎖又は分枝ヘキシル基、直鎖又は分枝ヘプチル基、直鎖又は分枝オクチル基、直鎖又は分枝ノニル基、直鎖又は分枝デシル基、直鎖又は分枝ウンデシル基、直鎖又は分枝ドデシル基、直鎖又は分枝トリデシル基、直鎖又は分枝テトラデシル基、直鎖又は分枝ペンタデシル基、直鎖又は分枝ヘキサデシル基、直鎖又は分枝ヘプタデシル基、直鎖又は分枝オクタデシル基、直鎖又は分枝ノナデシル基、直鎖又は分枝イコシル基が挙げられる。

【0037】また、 $\text{R}^6$  及び  $\text{R}^7$  で表されるアリール基としては、具体的には、フェニル基、ナフチル基等が挙げられる。

【0038】また、上記  $\text{R}^6$  及び  $\text{R}^7$  で表されるアルキルアリール基としては、具体的には、トリル基 (全ての構造異性体を含む)、エチルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝プロピルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ブチルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ペンチルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ヘキシルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ヘプチルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝オクチルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ノニルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝デシルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ウンデシルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ドデシルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、キシリル基 (全ての構造異性体を含む)、エチルメチルフェニル基 (全ての構造異性体を含む)、ジエチルフェニル

基（全ての構造異性体を含む）、ジ（直鎖又は分枝）プロピルフェニル基（全ての構造異性体を含む）、ジ（直鎖又は分枝）ブチルフェニル基（全ての構造異性体を含む）、メチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、エチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、直鎖又は分枝プロピルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、直鎖又は分枝ブチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、ジメチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、エチルメチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、ジエチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、ジ（直鎖又は分枝）プロピルナフチル基（全ての構造異性体を含む）、ジ（直鎖又は分枝）ブチルナフチル基（全ての構造異性体を含む）等が挙げられる。

【0039】また、 $R^6$ 及び $R^7$ で表されるアリールアルキル基としては、具体的には、ベンジル基、フェニルエチル基（全ての異性体を含む）、フェニルプロピル基（全ての異性体を含む）等が挙げられる。

【0040】これらの中でも、 $R^6$ 及び $R^7$ がそれぞれプロピレン、1-ブテン又はイソブチレンから誘導された炭素数3～18のアルキル基、炭素数6～8のアリール基、炭素数7～8のアルキルアリール基、あるいは炭素数7～8のアリールアルキル基であることが好ましい。

【0041】より具体的には、好ましいアルキル基としては、例えば、イソプロピル基、プロピレン2量体から誘導される分枝状ヘキシル基（全ての分枝状異性体を含む）、プロピレン3量体から誘導される分枝状ノニル基（全ての分枝状異性体を含む）、プロピレン4量体から誘導される分枝状ドデシル基（全ての分枝状異性体を含む）、プロピレン5量体から誘導される分枝状ペンタデシル基（全ての分枝状異性体を含む）、プロピレン6量体から誘導される分枝状オクタデシル基（全ての分枝状異性体を含む）、sec-ブチル基、tert-ブチル基、1-ブテン2量体から誘導される分枝状オクチル基（全ての分枝状異性体を含む）、イソブチレン2量体から誘導される分枝状オクチル基（全ての分枝状異性体を含む）、1-ブテン3量体から誘導される分枝状ドデシル基（全ての分枝状異性体を含む）、イソブチレン3量体から誘導される分枝状ドデシル基（全ての分枝状異性体を含む）、1-ブテン4量体から誘導される分枝状ヘキサデシル基（全ての分枝状異性体を含む）、イソブチレン4量体から誘導される分枝状ヘキサデシル基（全ての分枝状異性体を含む）等が挙げられる。

【0042】また、好ましいアリール基としてはフェニル基等；好ましいアルキルアリール基としてはトリル基（全ての構造異性体を含む）、エチルフェニル基（全ての構造異性体を含む）、キシリル基（全ての構造異性体を含む）等；好ましいアリールアルキル基としてはベンジル基、フェネチル基（全ての異性体を含む）等、が挙げられる。

【0043】さらに、 $R^6$ 及び $R^7$ は、耐フレーキング

性、耐焼付性により優れることから、それぞれ別個に、エチレン又はプロピレンから誘導された炭素数3～18の分枝状アルキル基であることがより好ましく、エチレン又はプロピレンから誘導された炭素数6～15の分枝状アルキル基であることが特に好ましい。

【0044】また、ジハイドロカルビルポリサルファイドにおける硫黄含有量は特に制限されないが、耐フレーキング性及び耐焼付性の点から、通常、硫黄含有量が10～55質量%、好ましくは20～50質量%のものをを用いることが好ましい。

【0045】（E-2）硫化エステルとしては、具体的には例えば、牛脂、豚脂、魚脂、菜種油、大豆油等の動植物油脂；不飽和脂肪酸（オレイン酸、リノール酸又は上記の動植物油脂から抽出された脂肪酸類等を含む）と各種アルコールとを反応させて得られる不飽和脂肪酸エステル；及びこれらの混合物等を任意の方法で硫化することにより得られるものが挙げられる。

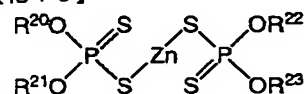
【0046】また、硫化エステルにおける硫黄含有量は特に制限されないが、耐フレーキング性及び耐焼付性の点から、通常、硫黄含有量が2～40質量%、好ましくは5～35質量%のものをを用いることが好ましい。

【0047】（E-3）硫化鉱油とは、鉱油に単体硫黄を溶解させたものをいう。本発明に用いられる鉱油は特に制限されないが、具体的には、上記潤滑油基油の説明において例示された鉱油が挙げられる。また、単体硫黄としては、塊状、粉末状、溶融液体状等いずれの形態のものを用いてもよいが、粉末状又は溶融液体状のものは、基油への溶解を効率よく行うことができるので好ましい。なお、溶融液体状の単体硫黄を用いるときは、液体同士を混合することになるので溶解作業を非常に短時間でを行うことができるという利点を有しているが、単体硫黄の融点以上で取り扱わねばならないため加熱設備等の特別な装置を必要とし、また、高温雰囲気下での取り扱いとなるため危険を伴う等取り扱いが必ずしも容易ではない。これに対して、粉末状の単体硫黄は、安価で取り扱いが容易であり、しかも溶解時間が十分に短いので特に好ましい。

【0048】また、硫化鉱油における硫黄含有量は特に制限されないが、硫化鉱油全量基準で好ましくは0.05～1.0質量%であり、より好ましくは0.1～0.5質量%である。

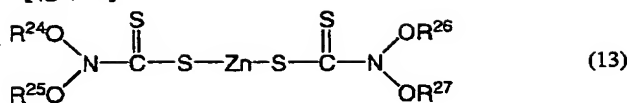
【0049】（E-4）ジチオリン酸亜鉛化合物、（E-5）ジチオカルバミン酸亜鉛化合物、（E-6）ジチオリン酸モリブデン化合物、及び（E-7）ジチオカルバミン酸モリブデン化合物は、それぞれ下記一般式（12）～（15）で表される。

【化10】

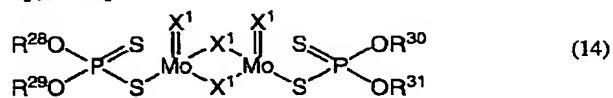


(12)

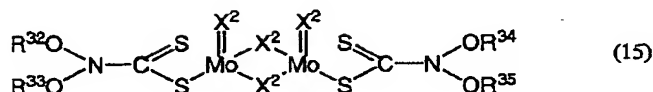
【化11】



【化12】



【化13】



【0050】一般式(12)～(15)において、  
 $\text{R}^{20}$ 、 $\text{R}^{21}$ 、 $\text{R}^{22}$ 、 $\text{R}^{23}$ 、 $\text{R}^{24}$ 、 $\text{R}^{25}$ 、 $\text{R}^{26}$ 、 $\text{R}^{27}$ 、 $\text{R}^{28}$ 、 $\text{R}^{29}$ 、 $\text{R}^{30}$ 、 $\text{R}^{31}$ 、 $\text{R}^{32}$ 、 $\text{R}^{33}$ 、 $\text{R}^{34}$ 及び $\text{R}^{35}$ は同一でも異なってもよく、それぞれ炭素数1以上の炭化水素基を表し、 $\text{X}^1$ 及び $\text{X}^2$ は、それぞれ酸素原子又は硫黄原子を表す。

【0051】上記 $\text{R}^{20}$ ～ $\text{R}^{35}$ で表される炭化水素基としては、例えば、炭素数1～24のアルキル基、炭素数5～7のシクロアルキル基、炭素数6～11のアルキルシクロアルキル基、炭素数6～18のアリール基、炭素数7～24のアルキルアリール基及び炭素数7～12のアリールアルキル基が挙げられる。

【0052】かかるアルキル基としては、具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基(すべての分枝異性体を含む)、ブチル基(すべての分枝異性体を含む)、ペンチル基(すべての分枝異性体を含む)、ヘキシル基(すべての分枝異性体を含む)、ヘプチル基(すべての分枝異性体を含む)、オクチル基(すべての分枝異性体を含む)、ノニル基(すべての分枝異性体を含む)、デシル基(すべての分枝異性体を含む)、ウンデシル基(すべての分枝異性体を含む)、ドデシル基(すべての分枝異性体を含む)、トリデシル基(すべての分枝異性体を含む)、テトラデシル基(すべての分枝異性体を含む)、ペンタデシル基(すべての分枝異性体を含む)、ヘキサデシル基(すべての分枝異性体を含む)、ヘプタデシル基(すべての分枝異性体を含む)、オクタデシル基(すべての分枝異性体を含む)、ノナデシル基(すべての分枝異性体を含む)、イコシル基(すべての分枝異性体を含む)、ヘンイコシル基(すべての分枝異性体を含む)、ドコシル基(すべての分枝異性体を含む)、トリコシル基(すべての分枝異性体を含む)、テトラコシル基(すべての分枝異性体を含む)等が挙げられる。

【0053】また、シクロアルキル基としては、具体的には、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基等を挙げることができる。

【0054】また、アルキルシクロアルキル基としては、具体的には、メチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、エチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、プロピルシクロペンチル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、

トリメチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、ブチルシクロペンチル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルシクロペンチル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロペンチル基(すべての置換異性体を含む)、メチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、エチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、プロピルシクロヘキシル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、トリメチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、ブチルシクロヘキシル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルシクロヘキシル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘキシル基(すべての置換異性体を含む)、メチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)、エチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)、プロピルシクロヘプチル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)、トリメチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)、ブチルシクロヘプチル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルシクロヘプチル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘプチル基(すべての置換異性体を含む)等が挙げられる。

【0055】アリール基としては、例えば、フェニル基、ナフチル基等を挙げることができる。

【0056】アルキルアリール基としては、例えば、トリル基(すべての置換異性体を含む)、キシリル基(すべての置換異性体を含む)、エチルフェニル基(すべての置換異性体を含む)、プロピルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルフェニル基(すべての置換異性体を含む)、トリメチルフェニル基(すべての置換異性体を含む)、ブチルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)



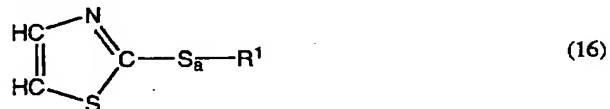
含む)、ジエチルフェニル基(すべての置換異性体を含む)、ジメチルエチルフェニル基(すべての置換異性体を含む)、ペンチルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘキシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘプチルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、オクチルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ノニルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、デシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ウンデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ドデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、トリデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、テトラデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ペンタデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘキサデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)

む)、ヘプタデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)、オクタデシルフェニル基(すべての分枝異性体、置換異性体を含む)等が挙げられる。

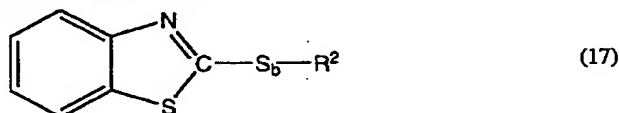
【0057】アリールアルキル基としては、例えば、ベンジル基、フェネチル基、フェニルプロピル基(すべての分枝異性体を含む)、フェニルブチル基(すべての分枝異性体を含む)等が挙げられる。

【0058】(E-8)チアゾール化合物としては、下記一般式(16)、(17)で表される化合物が好ましく用いられる。

【化14】



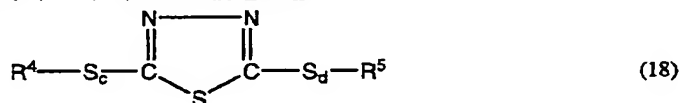
【化15】



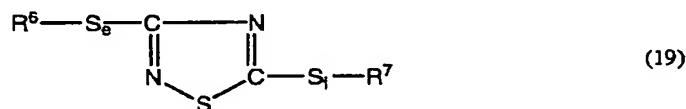
【0059】[上記式(16)、(17)中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>はそれぞれ水素原子、炭素数1~30の炭化水素基又はアミノ基を表し、R<sup>3</sup>は水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表し、a及びbは0~3の整数を表す]かかるチアゾール化合物の中でも、上記一般式(17)で表されるベンゾチアゾール化合物が特に好ましい。ここで、一般式(17)中のR<sup>2</sup>は前述の通り水素原子、炭素数1~30の炭化水素基又はアミノ基を表すものであるが、R<sup>2</sup>は水素原子又は炭素数1~18の炭化水素基であることが好ましく、水素原子又は炭素数1~12の炭化水素基であることがより好ましい。

【0060】また、一般式(17)中のR<sup>3</sup>は前述の通り水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表すものであるが、R<sup>3</sup>は水素原子又は炭素数1~3のアルキル基であることが好ましく、水素原子又は炭素数1~2の炭化水素基であることがより好ましい。

【0061】さらに、一般式(17)中のbは前述の通



【化17】



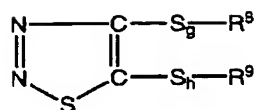
【化18】

り0~3の整数を表すものであるが、bは0~2であることが好ましい。

【0062】このようなベンゾチアゾール化合物の具体例としては、ベンゾチアゾール、2-メルカプトベンゾチアゾール、2-(ヘキシルジチオ)ベンゾチアゾール、2-(オクチルジチオ)ベンゾチアゾール、2-(デシルジチオ)ベンゾチアゾール、2-(ドデシルジチオ)ベンゾチアゾール、2-(N,N-ジエチルジチオカルバミル)ベンゾチアゾール等が挙げられる。

【0063】(E-9)チアジアゾール化合物としては、下記一般式(18)で表される1,3,4-チアジアゾール化合物、一般式(19)で表される1,2,4-チアジアゾール化合物、並びに一般式(20)で表される1,4,5-チアジアゾール化合物が好ましく用いられる。

【化16】



(20)

〔上記式(18)～(20)中、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 、 $\text{R}^6$ 、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 及び $\text{R}^9$ は同一でも異なってもよく、それぞれ水素原子又は炭素数1～20の炭化水素基を表し、 $c$ 、 $d$ 、 $e$ 、 $f$ 、 $g$ 及び $h$ は同一でも異なってもよく、それぞれ0～8の整数を表す。〕

【0064】ここで、上記一般式(18)～(20)中の $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 、 $\text{R}^6$ 、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 及び $\text{R}^9$ は、前述の通りそれぞれ水素原子又は炭素数1～20の炭化水素基を表すものであるが、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 、 $\text{R}^6$ 、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 及び $\text{R}^9$ はそれぞれ水素原子又は炭素数1～18の炭化水素であることが好ましく、水素原子又は炭素数1～12の炭化水素基であることがより好ましい。

【0065】また、一般式(18)～(20)中の $c$ 、 $d$ 、 $e$ 、 $f$ 、 $g$ 及び $h$ は前述の通りそれぞれ0～3の整数を表すものであるが、 $c$ 、 $d$ 、 $e$ 、 $f$ 、 $g$ 及び $h$ はそれぞれ0～2の整数であることが好ましい。

【0066】このようなチアジアゾール化合物の具体例としては、2, 5-ビス( $n$ -ヘキシルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス( $n$ -オクチルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス( $n$ -ノニルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス( $n$ -ヘキシルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス( $n$ -オクチルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス( $n$ -ノニルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、4, 5-ビス( $n$ -ヘキシルジチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール、4, 5-ビス( $n$ -オクチルジチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール、4, 5-ビス( $n$ -ノニルジチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール、4, 5-ビス(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール等が挙げられる。

【0067】上記した(E-1)～(E-9)の中でも、耐フレーキング性及び耐焼付性の点から、(E-1)及び/又は(E-2)を用いることがより好ましい。

【0068】硫黄系極圧剤の含有量は、グリース組成物全量を基準として0.1質量%以上、好ましくは0.5質量%以上である。当該含有量が0.1質量%に満たない場合はグリースの耐フレーキング性能、耐焼付性能が不十分となる。また、硫黄系極圧剤の含有量は、グリース組成物全量を基準として20質量%以下であり、好ましくは10質量%以下である。当該含有量が20質量%

を越えても、添加量に見合うだけの耐フレーキング性能、耐焼付性能が得られない。

【0069】本発明のグリース組成物は、その特性が損なわれない限りにおいて、必要に応じて、上記成分

(A)～(E)に加えて固体潤滑剤、極圧剤、酸化防止剤、油性剤、さび止め剤、粘度指数向上剤等をさらに含有させることができる。

【0070】固体潤滑剤としては、具体的には、黒鉛、フッ化黒鉛、ポリテトラフルオロエチレン、二硫化モリブデン、硫化アンチモン、アルカリ(土類)金属ほう酸塩等が挙げられる。

【0071】極圧剤としては、具体的には、ホスフェート、ホスファイト類等が挙げられる。

【0072】酸化防止剤としては、具体的には、2, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール、2, 6-ジ-*t*-ブチル-*p*-クレゾール等のフェノール系化合物；ジアルキルジフェニルアミン、フェニル- $\alpha$ -ナフチルアミン、*p*-アルキルフェニル- $\alpha$ -ナフチルアミン等のアミン系化合物；硫黄系化合物；フェノチアジン系化合物等が挙げられる。

【0073】油性剤としては、具体的には、ラウリルアミン、ミリスチルアミン、パルミチルアミン、ステアリルアミン、オレイルアミン等のアミン類；ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコール類；ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の高級脂肪酸類；ラウリン酸メチル、ミリスチン酸メチル、パルミチン酸メチル、ステアリン酸メチル、オレイン酸メチル等の脂肪酸エステル類；ラウリルアミド、ミリスチルアミド、パルミチルアミド、ステアリルアミド、オレイルアミド等のアミド類；油脂等が挙げられる。

【0074】さび止め剤としては、具体的には、金属石けん類；ソルビタン脂肪酸エステル等の多価アルコール部分エステル類；アミン類；リン酸；リン酸塩等が挙げられる。

【0075】粘度指数向上剤としては具体的には、ポリメタクリレート、ポリイソブチレン、ポリスチレン等が挙げられる。

【0076】本発明のグリース組成物を調製するには、例えば(A)潤滑油基油に、上記の成分(B)～(E)(B)、(C)は好ましくは炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩)、並びに必要に応じてその他の添加剤を混合して攪拌し、ロールミル等を通すことにより得ることができる。また基油に増ちょう剤の原料成分を予め添加、溶解し、攪拌混合して基油中で増ちょう剤を生成させた後に、成分(B)、(C)、(E)、あるいはさらにその他の添加剤を混合攪拌し、ロールミル等を通すことにより製造することもできる。

【0077】本発明のグリース組成物は、耐フレーキン

グ性、耐焼付性、耐摩耗性等に優れるものであり、等速ジョイント用、等速ギヤ用、変速ギヤ用、製鉄設備用等のグリースとして有用である。中でも、バーフィールドジョイント、ゼッパジョイント、アンダーカットフリージョイント等の固定型ジョイントや、ダブルオフセットジョイント、トリポッドジョイント、クロスグループジョイント等のスライド型ジョイント等の等速ジョイント用グリースとして本発明のグリース組成物を用いた場合に優れた効果を発揮し、装置が高速化、小型軽量化された場合であっても十分に長い寿命を達成することができる。

【0078】

【実施例】以下、実施例及び比較例に基づいて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に何ら限定されるものではない。

【0079】実施例1～18、比較例1～3

【グリース組成物の調製】実施例1～18及び比較例1～3においては、潤滑油基油として溶剤精製パラフィン系鉱油（40℃での動粘度：126mm<sup>2</sup>/s）を用い、当該基油に以下に示す炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩、増ちょう剤原料、硫黄系極圧剤及び酸化防止剤を配合してグリース組成物を調製した。

【0080】なお、実施例1～18及び比較例1～3においては、後述する増ちょう剤原料1～4を用いて増ちょう剤を潤滑油基油中で生成させた。すなわち、実施例1～5、7～11、13～17及び比較例1～3においては、ジフェニルメタン4，4'-ジイソシアネートを溶剤精製パラフィン系鉱油に加熱溶解した混合物と、所定のアミン及び／又はアルコールを溶剤精製パラフィン系鉱油に加熱溶解した混合物とを混合して増ちょう剤を生成させた。また、実施例6、12及び18においては、増ちょう剤原料4を溶剤精製パラフィン系鉱油に加熱溶解して増ちょう剤を精製させた。

【0081】次いで、かかる増ちょう剤を含む潤滑油基油に炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩、増ちょう剤、硫黄系極圧剤及び酸化防止剤を加えて攪拌し、ロールミルに通してグリース組成物を得た。

【0082】また、実施例6、12及び18においては、増ちょう剤原料4を炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩、増ちょう剤、硫黄系極圧剤及び酸化防止剤と共に溶剤精製パラフィン系鉱油に加えて攪拌し、ロールミルに通してグリース組成物を得た。

【0083】（炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩）

炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩1：炭酸カルシウムで過塩基性化したオレイン酸カルシウム塩（オレイン酸カルシウム塩：42質量%、炭酸カルシウム：15.9質量%、溶剤精製パラフィン系鉱油：42.1質量%、炭酸カルシウムの平均粒子径：717nm、全塩基価：258mg KOH/g）

炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩2：炭酸カルシウムで過塩基性化した混合脂肪酸（オレイン酸とリノール酸との等量混合物）のカルシウム塩（脂肪酸カルシウム塩：29.6質量%、炭酸カルシウム：40.8質量%、溶剤精製パラフィン系鉱油：29.6質量%、炭酸カルシウムの平均粒子径：306nm、全塩基価：513mg KOH/g）

炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩3：炭酸カルシウムで過塩基性化した混合脂肪酸（オレイン酸とイソステアリン酸との等量混合物）のカルシウム塩（脂肪酸カルシウム塩：35.8質量%、炭酸カルシウム：28.3質量%、溶剤精製パラフィン系鉱油：35.9質量%、炭酸カルシウムの平均粒子径：560nm、全塩基価：385mg KOH/g）。

【0084】（増ちょう剤原料）

増ちょう剤原料1：ジフェニルメタン4，4'-ジイソシアネート、シクロヘキシルアミン及びステアリルアミン（混合比（モル比）：5/7/3）

増ちょう剤原料2：ジフェニルメタン4，4'-ジイソシアネート、シクロヘキシルアミン及びオクタデシルアルコール（混合比（モル比）：5/8/2）

増ちょう剤原料3：ジフェニルメタン4，4'-ジイソシアネート及びシクロヘキシルアミン（混合比（モル比）：1/2）

増ちょう剤原料4：12-ヒドロキシステアリン酸リチウム塩

（硫黄系極圧剤）硫黄系極圧剤として、以下に示す極圧剤1～5を用いた。

【0085】極圧剤1：ジヒドロカルビルポリサルファイド（硫化ポリイソブチレン、硫黄含有量：45質量%）

極圧剤2：硫化油脂（硫化ラード、硫黄含有量：30質量%）

極圧剤3：モリブデンジチオカーバメート

極圧剤4：モリブデンジチオフォスフェート

極圧剤5：亜鉛ジチオフォスフェート。

（酸化防止剤）

酸化防止剤1：アミン系酸化防止剤

【台上耐久試験】このようにして得られた実施例1～18及び比較例1～3のグリース組成物を用いて台上耐久試験を行い、耐フレーキング性及び耐焼付性を評価した。すなわち、市販の#87サイズのバーフィールド型ジョイントにグリース組成物を塗布し、自動車の走行パターンを考慮して回転数、トルク、作動角を変化させたモードを1サイクルとする条件で試験を行い、ジョイントの焼付又は各部位でのフレーキングが発生するまでのサイクル数を計測した。得られた結果を表1～4に示す。

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6
基油 [質量％]	82.0	81.0	72.0	78.0	80.0	84.0
炭酸塩分散過塩基性 脂肪酸塩 1 [質量％]	1.0	2.0	1.0	2.0	1.5	1.0
増ちょう剤 [質量％]	12.0	10.0	20.0	10.0	10.0	10.0
[増ちょう剤原料]	[1]	[2]	[3]	[2]	[2]	[4]
極圧剤 1 [質量％]	2.0	—	2.0	2.0	—	2.0
極圧剤 2 [質量％]	—	4.0	—	—	2.0	—
極圧剤 3 [質量％]	—	—	2.0	2.0	1.5	—
極圧剤 4 [質量％]	—	—	—	3.0	—	—
極圧剤 5 [質量％]	—	—	—	—	2.0	—
酸化防止剤 1 [質量％]	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
台上耐久試験 [サイクル]	500	525	600	625	575	450

【表 2】

	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12
基油 [質量％]	82.0	81.0	72.0	78.0	80.0	84.0
炭酸塩分散過塩基性 脂肪酸塩 2 [質量％]	1.0	2.0	1.0	2.0	1.5	1.0
増ちょう剤 [質量％]	12.0	10.0	20.0	10.0	10.0	10.0
[増ちょう剤原料]	[1]	[2]	[3]	[2]	[2]	[4]
極圧剤 1 [質量％]	2.0	—	2.0	2.0	—	2.0
極圧剤 2 [質量％]	—	4.0	—	—	2.0	—
極圧剤 3 [質量％]	—	—	2.0	2.0	1.5	—
極圧剤 4 [質量％]	—	—	—	3.0	—	—
極圧剤 5 [質量％]	—	—	—	—	2.0	—
酸化防止剤 1 [質量％]	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
台上耐久試験 [サイクル]	550	550	625	625	625	475

【表 3】

30

	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17	実施例 18
基油 [質量％]	82.0	81.0	72.0	78.0	80.0	84.0
炭酸塩分散過塩基性 脂肪酸塩 3 [質量％]	1.0	2.0	1.0	2.0	1.5	1.0
増ちょう剤 [質量％]	12.0	10.0	20.0	10.0	10.0	10.0
[増ちょう剤原料]	[1]	[2]	[3]	[2]	[2]	[4]
極圧剤 1 [質量％]	2.0	—	2.0	2.0	—	2.0
極圧剤 2 [質量％]	—	4.0	—	—	2.0	—
極圧剤 3 [質量％]	—	—	2.0	2.0	1.5	—
極圧剤 4 [質量％]	—	—	—	3.0	—	—
極圧剤 5 [質量％]	—	—	—	—	2.0	—
酸化防止剤 1 [質量％]	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
台上耐久試験 [サイクル]	525	525	600	625	600	425

【表 4】

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
基油 [質量%]	85.0	84.0	84.0	84.0	83.0
炭酸塩分散過塩基性 脂肪酸塩 1 [質量%]	—	1.0	—	—	—
炭酸塩分散過塩基性 脂肪酸塩 2 [質量%]	—	—	1.0	—	—
炭酸塩分散過塩基性 脂肪酸塩 3 [質量%]	—	—	—	1.0	—
増ちょう剤 [質量%]	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0
[増ちょう剤原料]	[1]	[1]	[1]	[1]	[1]
極圧剤 1 [質量%]	—	—	—	—	2.0
酸化防止剤 1 [質量%]	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
台上耐久試験 [サイクル]	<25 (焼付)	<25 (焼付)	<25 (焼付)	<25 (焼付)	50

表 1～3 に示すように、実施例 1～18 のグリース組成物は耐フレーキング性、耐焼付性に優れており、等速ジョイントを十分に長寿命化できることが確認された。

【0086】これに対して、表 4 に示すように、比較例 1～4 のグリース組成物を用いた場合には焼付、比較例 5 のグリース組成物を用いた場合にはフレーキングがい

【0087】

【発明の効果】以上説明した通り、本発明のグリース組成物では、耐フレーキング性及び耐焼付性が高水準で達成されており、等速ジョイント等の十分な長寿命化を実現することができる。また、本発明のグリース組成物による上記の効果は鉛化合物を使用せずとも奏され得るものであり、人体・環境に対する安全性の点でも本発明のグリース組成物は非常に有用である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

ターコード (参考)

C 1 0 M 135/06  
135/18  
135/22  
135/36  
137/10

C 1 0 M 135/06  
135/18  
135/22  
135/36  
137/10

A

// C 1 0 N 10:02  
10:04  
10:12  
50:10

C 1 0 N 10:02  
10:04  
10:12  
50:10

(72) 発明者 小南 章彦

兵庫県神戸市中央区港島南町 5 丁目 5 番 3  
号 株式会社松村石油研究所内

40

(72) 発明者 野村 宗市

神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日石三  
菱株式会社潤滑油部潤滑油研究所内

(72) 発明者 岸本 充

兵庫県神戸市中央区港島南町 5 丁目 5 番 3  
号 株式会社松村石油研究所内

(72) 発明者 荒井 孝

神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日石三  
菱株式会社潤滑油部潤滑油研究所内

(72) 発明者 幸野 明

兵庫県神戸市中央区港島南町 5 丁目 5 番 3  
号 株式会社松村石油研究所内

(72) 発明者 坂本 清美

神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日石三  
菱株式会社潤滑油部潤滑油研究所内

(72) 発明者 木下 広嗣

神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日石三  
菱株式会社潤滑油部潤滑油研究所内

F ターム (参考) 4H104 AA13C BB17C BE13B BG02C  
BG04C BG10C BG12C BG19C  
BH07C EB06 FA01 FA02  
FA06 QA18